2



## <sup>(19)</sup> RU <sup>(11)</sup> 2 161 603 <sup>(13)</sup> C2

<sup>(51)</sup> MNK<sup>7</sup> C 07 C 251/24, 249/02, C 08 K 5/29

## РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

# (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

- (21), (22) Заявка: 98118355/04, 01.10.1998
- (24) Дата начала действия патента: 01.10.1998
- (46) Дата публикации: 10.01.2001
- (56) Ссылки: SU 385962 A, 14.06.1973. SU 595299 A, 28.02.1978. RU 2065436 C1, 20.08.1996. RU 2034830 C1, 10.05.1995. EP 0279921 A2, 31.08.1988.
- (98) Адрес для переписки: 453110, Башкортостан, г. Стерлитамак, ул. Техническая 10, СНХЗ, патентный отдел
- (71) Заявитель:ЗАО Стерлитамакский нефтехимический завод
- (72) Изобретатель: Ниязов Н.А., Тимофеев В.П.
- (73) Патентообладатель:ЗАО Стерлитамакский нефтехимический завод

2

0

മ

(0

(54) БИС-N,N-ДИМЕТИЛАМИНОМЕТИЛИРОВАННЫЕ АРОМАТИЧЕСКИЕ ОСНОВАНИЯ ШИФФА И СПОСОБ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ

Описываются новые соединения-бис-N, N-диметиламинометилированные ароматические основания Шиффа общей формулы I, где R<sub>1</sub> означает C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>AIK, C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>, Ph-Ph, Ph-CH<sub>2</sub>-Ph, R<sub>2</sub>-H, OH, R<sub>3</sub>-H, NO<sub>2</sub>, CH<sub>3</sub>, OCH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, OH, R<sub>4</sub>H, OH, CH<sub>3</sub>, OCH 3, CH<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, R<sub>5</sub>H, OH, CH<sub>3</sub>, OCH<sub>3</sub>, CH<sup>2</sup>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, OH, при условии, что хотя бы один из радикалов R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub> и R<sub>5</sub> означает CH <sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, в качестве ускорителей отверждения эпоксидных смол. Описывается также способ их получения. Технический

результат - расширение ассортимента класса ускорителей отверждения эпоксидных смол. 2

с.п. ф-лы, 5 табл.

$$\begin{array}{c|c} R_3' & \\ R_4' & \\ R_5' & \\ \end{array} \text{CHIN-R_1'-NECH} \begin{array}{c} R_2' \\ \\ R_3' \\ \\ R_5' \end{array} \text{II}$$



# <sup>(19)</sup> RU<sup>(11)</sup> 2 161 603 <sup>(13)</sup> C2

(51) Int. Cl. 7 C 07 C 251/24, 249/02, C 08 K 5/29

#### RUSSIAN AGENCY FOR PATENTS AND TRADEMARKS

#### (12) ABSTRACT OF INVENTION

- (21), (22) Application: 98118355/04, 01.10.1998
- (24) Effective date for property rights: 01.10.1998
- (46) Date of publication: 10.01.2001
- (98) Mail address: 453110, Bashkortostan, g. Sterlitamak, ul. Tekhnicheskaja 10, SNKhZ, patentnyj otdel
- (71) Applicant: ZAO Sterlitamakskij neftekhimicheskij zavod
- (72) Inventor: Nijazov N.A., Timofeev V.P.
- (73) Proprietor: ZAO Sterlitarnakskij neftekhimicheskij zavod

2

3

0

9

ထ

(54) BIS-N,N-DIMETHYLAMINOMETHYLATED AROMATIO SCHIFF BASES AND METHOD OF PREPARATION THEREOF

(57) Abstract:
FIELD: chemistry of polymers. SUBSTANCE:
described are new compounds, more
particularly bis-N,N-dimethylaminomethylated

particularly bis-N,N-dimethylaminomethylated aromatic schiff bases of general formula I:

 $_2\text{-C}_6$  Alk C $_6\text{H}_4,\text{PR-PR,PR-CH}_2\text{-PR,;}$  R $_2$  is H or .

OH; R<sub>3</sub> is H,NO<sub>2</sub>,CH<sub>3</sub>,OCH<sub>3</sub>-CH<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, OH; R<sub>2</sub> is H,OH,CH<sub>3</sub>OCH<sub>3</sub>,CH<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>,; R<sub>5</sub> is H,OH,CH<sub>3</sub>,OCH<sub>3</sub>,CH<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>,OH; provided that if at least one of R<sub>3</sub>,R<sub>4</sub> and R<sub>5</sub> is CH  $_2$ N(CH<sub>3</sub>) $_2$ , as hardening accelerators of epoxy resins. Also described method of preparation thereof. EFFECT: wider range of class of hardening accelerations of epoxy resins. 3 cl, 5 tbl

Изобретение относится к органической химия, в частности к способу получения бис-N, N'-ди-метиламинометилированных ароматических оснований Шиффа формулы:

$$\begin{array}{c|c} R_3 & \\ \hline \\ R_4 & \\ \hline \\ R_5 & \end{array} \text{CH=N-R} \begin{array}{c} \\ \hline \\ \end{array} \begin{array}{c} R_2 \\ \hline \\ \end{array} \begin{array}{c} R_3 \\ \hline \\ R_4 \\ \end{array}$$

где  $R_1$  означает  $C_2$ - $C_6$ Alk, - $C_6$ - $H_4$ -, Ph-Ph-, Ph-CH<sub>2</sub>-Ph;

 $R_2 = H, OH;$ 

 $R_3 = H$ ,  $NO_2$ ; CH;  $OCH_3$ ;  $-CH_2N(CH_3)_2$ ; OH;

R<sub>4</sub> = H, OH; CH<sub>3</sub>; OCH<sub>3</sub>; -CH<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>;

 $R_5$  = H; OH; CH<sub>3</sub>; OCH<sub>3</sub>; -CH<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, при условии, что хотя бы один из радикалов R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub> или R<sub>5</sub> означает CH<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, которые могут быть использованы в качестве ускорителей отверждения эпоксидных смол, компонентов для получения металлокомплексных соединений и катализаторов получения пенополиуретанов, основы для получения присадок к маслам.

Из всего множества описанных в литературе примеров проведения реакции Манниха [A. Bucherle, F. Hannovice, F.Dicluzear. Chem.Ther., N 2, 1907, s. 410; J.Blass, Bull. Chim. France, 3120, 1966; A.c. СССР 1038339, МПК С 07 С 87/50, 1980] отсутствуют таковые для бис-ароматических оснований Шиффа формулы:

$$\begin{array}{c|c} R_3 & R_2 \\ \hline \\ R_4 & R_5 \end{array}$$
 -CH=N-R\_1-N=CH-
$$\begin{array}{c} R_2 \\ \hline \\ R_4 \\ \hline \end{array}$$

где  $R_1 = C_2 - C_6Alk$ );  $C_6H_4$ ; -Ph-Ph-, -Ph-CH<sub>2-Ph</sub>-

 $R_2 = OH; H$ 

ത

ယ

C

N

 $R_3 = H$ ;  $CH_3$ ;  $OCH_3$ ;  $NO_2$ ;

 $R_4 = OH; H; NO_2; CH_3; OCH_3;$ 

 $R_5 = H$ ; OH;  $NO_2$ ; OCH<sub>3</sub>; CH<sub>3</sub>

В настоящее время в качестве ускорителей отверждения эпоксидных смол используют третичные амины [А.Ф.Николаев. Химическая технология, свойства и применение пластических масс. Л., ЛГИ, 1977, с. 5]. Эффективными ускорителями процесса отверждения эпоксидных смол ангидридами карбоновых кислот являются 2,4,6-трис-(диметиламинометил)- фенол [М.А.Мельников, Р.И.Мустафаев, А. Рагимов. Журнал прикладной химии. Л., 1990, 6084-B-90] 2.4.6-трис(диметиламинометил)- резорцин [В.Г.Кошкин и др. Монолитные, эпоксидные, полиуретановые и полиэфирные покрытия полов. М., Стройиздат, 1975, c. 10). Основания Шиффа, как представители третичных аминов, также используются для ускорения отверждения эпоксидных смол [Заявка РФ N 98105160 от 31.03.98].

Технической задачей изобретения является получение новых полифункциональных соединений класса бис-N,N'-ди-метиламинометилированных ароматических соединений Манника вышеуказанной формулы, расширение ассортимента класса ускорителей отверждения эпоксидных смол и отвердителей.

Техническая задача достигается тем, что исходные бис-ароматические основания Шиффа (бис-АОШ) общей формулы:

$$\begin{array}{c|c}
R_{3} \\
\hline
R_{4} \\
R_{5}
\end{array}$$
-CH=N-R<sub>1</sub>-N=CH-
$$\begin{array}{c|c}
R_{2} \\
\hline
R_{4} \\
R_{5}
\end{array}$$

где  $R'_1 = C_2 - C_6$  (Alk);  $-C_6 H_4 -$ ; -Ph-Ph-; -Ph-CH $_2$ -Ph-

R'2 = H, OH

10

15

20

35

45

 $R'_3 = H, NO_2; CH_3; OCH_3;$ 

 $R'_4$  = H, OH; CH<sub>3</sub>; OCH<sub>3</sub>;

R'<sub>5</sub> = H; OH; CH<sub>3</sub>; OCH<sub>3</sub>, при условии,

что хотя бы один из радикалов  $R'_3$ ,  $R'_4$  или  $R'_5$  означает водород, подвергают взаимодействию с N,N-тетраметилбис-амином (бисамином) в среде  $C_1$ - $C_4$  алифатических спиртов при мольном соотношении (бис-AOШ) бисамин:спирт, равном 1,0 : 4,1 - 4,5 : 2,5 - 10,0 при температуре 80-120°C и давлении 1 - 6 атм.

Процесс описывается следующими уравнениями:

$$\begin{array}{c} R^{2} \\ R^{3} \\ R^{4} \\ R^{5} \end{array} - CH \Rightarrow H = R^{2} \\ R^{2} \\ R^{3} \\ - CH \Rightarrow H = R^{2} \\ R^{3} \\ - CH \Rightarrow H = R^{2} \\ R^{3} \\ - CH \Rightarrow H = R^{2} \\ R^{3} \\ - CH \Rightarrow H = R^{2} \\ - R^{3} \\ - CH \Rightarrow H = R^{2} \\ - R^{3} \\ - R$$

Нами обнаружено, что использование доступного, дешевого бисамина, заявленные соотношения исходных реагентов и условия проведения синтезов позволяют получить аминометилированные бис-ароматические Шиффа основания практически количественным выходом и высокого качества. Данный способ получения безотходен, т. к. растворитель можно вернуть в рецикл, а выделяющийся в ходе синтеза диметиламин можно использовать повторно, вернув его на стадию синтеза бисамина. Каких-либо других побочных продуктов в ходе синтеза не образуется.

Исходные реагенты должны соответствовать следующим требованиям:

- 1. CH<sub>3</sub>OH FOCT 6995-77.
- 2. C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH TY 6-09-1710-77.
- 3.  $C_3H_7OH TY 6-09-4344-77$ .
- 4. i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>OH ТУ 6-09-402-75.
- 5. Бутанол-1 ГОСТ 6006-78. 6. Бутапол-2 - ТУ 6-09-08-1970-88.
- 7. Пентанол-1 ТУ 6-09-3467-78.
- 8. Пентанол-2 ТУ 6-09-3336-79.

-3-

- 9. N, N'-Тетраметилметиленбисамин A.Bucherle, F.Hannovice, F. Dicluzear. Chem. Ther., N 2, 1907, s. 410.
- 10. 5-Метилсалициловый альдегид J.Blass, Bull. Chim. France, 3120, 196.
- 11. Бис-салицилал-этилендиамин Бусев А.И. Синтез новых органических реагентов для неорганического синтез. Изд. Московского университета, 1972, с. 82-94.
- Бис-салицилал-орто-фенилендиамин Там же.
- 13. Бис-салицилал-пара-фенилендиамин Там же.
- 14. Бис-салицилал-пара-дифенилендиамин Там же.
- 15. Бис-салицилал-пропилендиамин Там же.
- 16. Бис-салицилал-бутилендиамин Там же.
- 17. Бис-салицилал-гексаметилендиамин Там же.
- 18. Гексаметилендиамин-1,6 ТУ 6-09-36-73.\_
- 19. Триметилендиамин-1,3 ТУ 6-09-06-1082-82.
  - 20. 1,4-Диаминобутан ТУ 6-09-06-1135-84.
- 21. 2-Окси-3-метилбензальдегид Casnati G.et al. Tetzahedron Letter, 1965, 243.
- 22. Пара-окси-бензальдегид A.c. СССР 325829, C 07 C 205,1970.
  - 23. Мета-окси-бензальдегид Там же.
- 24. 3-Нитро-салицилового альдегида Патент РФ 2015137, С 07 С 205, 1990.
- 25. 5-Нитро-салицилового альдегида Методы получения химически: реактивов и препаратов. М., Химии, 1966, вып. 15, с. 111.
- 26. 3-Нитро-4-оксибензальдегид J.Indian Chem. Soc, 9, 173, (1932).
- 27. 2-Окси-3-метоксибензальдегид (орто-ванилин) Kirk, v. 14, N.Y, 1955, p. 603-611.
- 28. 4-Окси-3-метоксибензальдегид Там
- 29. Пара-дифенилфенилендиамин Физер Л., Физер М. Реагенты для органического синтеза. М., Мир, 1970-1975.
  - 30. Орто-фенилендиамин Там же.
- 31. Мета-фенилендиамин Губен И. Методы органической химии. М-Л., Госхимиздат, 1949.
- 32. Пара-фенилендиамин Губен И. Методы органической химии. М-Л., Госхимиздат, 1949.
  - 33. 4,4'-Диамино-дифенилметан Там же.
- 34. Этилендиамин Практикум по органическому синтезу. М., Просвещение, 1974

Синтез аминометилированных

бис-ароматических оснований Шиффа осуществляют двумя способами.

Способ А

刀

တ

တ

ယ

റ

2

Способ осуществляют следующим образом.

В трехгорлую круглодонную колбу, снабженную механической мешалкой с гидрозатвором, газоотводной трубкой с хлоркальциевым фильтром и обратным холодильником с охлаждающей ловушкой, термометром, загружают растворитель, бис-ароматического основания Шиффа, бисамин при их мольном соотношении бис-ароматические основания Шиффа: бисамин : спирт, равном 1,0 : 4,1-4,5 : 2,5-10,0. Выдерживают при температуре 80 - 120°С в течение 12 - 18 часов. Затем из

реакционной смеси отгоняют растворитель и остатки бисамина. Получают прозрачную маслообразную жидкость красно-вишневого цвета. Продукт переосаждают из соответствующего растворителя. После чего анализируют и определяют физико-химические константы.

Способ Б

Способ осуществляют следующим образом.

В автоклав загружают растворитель, бис-ароматические основания Шиффа, бисамин при их мольном соотношении бис-ароматические основания Шиффа : бисамин : спирт, равном 1,0 : 4,1-4,5 : 2,5-10,0. Выдерживают при температуре 90 -130°C в течение 4 - 8 часов. Затем из реакционной смеси отгоняют растворитель и остатки бисамина. Получают прозрачную маслообразную жидкость красно-вишневого Продукт переосаждают соответствующего растворителя. После чего анализируют и определяют физико-химические константы.

Сущность изобретения иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1. Способ А

В круглодонную колбу емкостью 350 мл, снабженную механической мешалкой, газоотводящей трубкой с хлоркальциевым фильтром и обратным холодильником с охлаждающей ловушкой, загружают 53,66 г (0,2 моль)

 бис-1,2-(2-оксибензилиденимино)-этана, 130 г пропанола (2,16 моль) 162,5 мл и 83,7 г

бисамина (4,2 моль) 113,1 мл.

Реакционную смесь при перемешивании нагревают в течение 12 часов при 100°C. Ход температуре реакции контролируют с помощью индикаторной бумаги, следя за выделением диметиламина, а также по анализу на пластинках с силуфолом (метод тонкослойной хроматографии). Затем отгоняют на роторной установке растворитель И аминометилирующего агента. Выделяют маслообразную прозрачную жидкость красно-вишневого цвета. Переосаждают полученный продукт из соответствующего растворителя. Получают 93,99 г (94,6% от теоретического) продукта,

характеризующегося следующими показателями.

Содержание титруемого азота, %: найдено - 10,93%

вычислено для

бис-1,2-(2-окси-3,5-(N,N-диметиламинометил) бензилиденимино)-этана брутто формулы

<sup>С</sup> <sup>28</sup>H<sub>44</sub>O<sub>2</sub>N<sub>6</sub> - 11,28 % Элементный анализ:

вычислено, %:

C = 67,70; H = 9,74; N = 16,92

найдено, %:

C = 68,1; H = 9,56; N = 16,08

В ИК-спектре имеются:

полоса поглощения 1618 см, характерная для C=H группы;

группа полос сильной интенсивности в области 2730-2980 см, характерная для -CH 2N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> группы.

Пример 2. Способ Б

В автоклав объемом 500 мл загружают 47,45 г бис-(2-оксибензилиден)-пара-фениленимина (0,15 моль)

-4

160 г, бутанол-1 197,5 мл (2,15 моль) и 64,32 г (0,63 моль) бисамина 87 мл. Автоклав герметизируют, нагревают реакционную массу при перемешивании до 120°С и выдерживают при этой температуре 4 часа. Затем автоклав охлаждают до 20°С и разгерметизируют. Реакционную смесь переливают в колбу и отгоняют растворитель и остатки бисамина. Выделяют прозрачную маслообразную жидкость красно-вишневого цвета. Получают 74,6 г (91,3% от теоретического) продукта, характеризующегося следующими показателями.

Содержание титруемого азота, %: найдено - 9,87%

вычислено

для

бис-пара-фенилен-(2-окси-3,5-(диметиламино метил) -бензилиденимина) брутто формулы  $C_{32}H_{44}O_2N_6$  - 10,28%

Элементный анализ:

найдено, %:

刀

ത

മ

റ

N

C = 71,1; H = 8,39; N = 14,98

вычислено, %:

C = 70,55; H = 8,14; N = 15,43

В ИК-спектре имеются: полоса поглощения 1618 см, характерная для C=N-группы группа полос сильной интенсивности в области 2730-2880 см, характерная для -CH <sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2-го</sub>уппы.

Пример 3. Способ Б 31,63 г

бис-салицилал-орто-фенилиденимин (0,1 моль), 45,98 г (0,45 моль) бисамина 62,1 мл и 60,1г (1 моль) изопропанола 77 мл греют в автоклаве при температуре 100°С в течение 5 часов. Выделение продукта реакции осуществляется аналогично примеру 1. Получают 75,1 г (92,3% от теоретического) продукта, характеризующегося следующими показателями. Содержание титруемого азота, %:

найдено - 10,05% вычислено для бис-орто-фенилен-(2-окси-3,5-(N, N-диметиламинометил)метил)-имина брутто формулы  $C_{32}H_{44}O_2N_6$  - 10,28%.

Получение других заявляемых бис-N,N-диметиламинометилированных ароматических оснований Шиффа в условиях примера 1 представлено в таблице 1. Исходные ароматические основания Шиффа брали уже как готовые продукты или же получали по известной методике по Бусеву А.И. (Синтез новых органических реагентов для неорганического синтеза. Московский университет, 1972). (табл. 2).

Выделенные продукты анализировали методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, расчет данных хроматографии по методу внутреннего стандарта позволяет сделать вывод о содержании состава смеси:

цержании состава смеси. Моно-маннихованного продукта - 3-20% Ди-маннихованного продукта - 80-97%

Физико-химические константы аминометилированных ароматических бис-азометинов, синтезированные по выше описанным примерам, представлены в таблице 3.

Отверждение композиций изучали с помощью дифференциального термического анализа (ДТА) в динамических условиях при скорости подъема температуры 5°С/мин. На термограммах фиксировалась температуру

экзотермического пика (імакс).

Термостойкость определялась с помощью термогравиметрического анализа (ДТГ) по температуре начала потери массы для композиций, отвержденных в динамических условиях при скорости нагрева 5°С/мин, и по температуре 5% потери массы для композиций, отвержденных в статических условиях.

Температура столкновения (t <sub>ст</sub>) определялась дилотометрическим методом на приборе для ДТА и ДТГ - дериватографе, снабженном устройством для дилатометрических измерений.

Теплостойкость определяется на приборе Вика при нагрузке 49 H.

Степень сшивки композиционных материалов находится экстрагированием кипящим ацетоном в аппарате Сокследа в течение суток.

Пример 82 (прототип)

Композиция, содержащая на 100 мас.ч. ЭД-20 70 мас. ч. i-МТГФА и 5 мас. ч. УП-606/2, отверждается в динамическом режиме при скорости нагрева 5°С/мин.

Данные теплофизических свойств эпоксидных композиций, полученных методом ДТФ и ДТГ представлены в таблице 4.

Пример 83

Композиция, содержащая на 100 мас.ч. ЭД-20 70 мас.ч. изо-метил-тетрагидрофталевого ангидрида (і-МТГФА) и 30 мас.ч. аминометилированного бис-ароматического основания Шиффа, отверждается в динамическом режиме при скорости нагрева 5°С/мин.

Данные дифференциального термического анализа (ДТА), результаты потенциометрического титрования

представлены в таблице 2.

Пример 84

Композиция, содержащая на 100 мас.ч. 9Д-20 70 мас.ч.  $i\text{-MT}\Gamma\Phi A$  и 15 мас.ч.  $y\Pi\text{-}606/2$ , отверждается в динамическом режиме при скорости нагрева  $5^{\circ}\text{C/мин}$ .

Данные теплофизических свойств эпоксидных композиций, полученных методом ДТА и ДТГ, представлены в таблице 4.

Композиции с аминометилированными бис-ароматическими основаниями Шиффа в качестве ускорителя отверждения смолы ЭД-20 готовились аналогично примеру 84 с уменьшением количества аммиака в 2 раза, т.е. 25 мас.ч.

Результаты приведены в таблице 4.

На основании представленных данных можно сделать вывод, что получены новые N,N-диметиламинометилированные бис-ароматические основания Шиффа, которые могут найти применение в качестве ускорителей отверждения эпоксидных смол. Об их эффективности в качестве ускорителей реакции отверждения эпоксидных смол можно судить из данных, представленных в таблицах 4 и 5.

#### Формула изобретения:

 Бис-N,N-диметиламинометилированные ароматические основания Шиффа общей формулы

-5

$$\begin{array}{c|c} & & & \\ R_3 & & & \\ \hline \\ R_4 & & & \\ \hline \\ R_5 & & & \\ \end{array}$$
 CH=N-R  $\frac{1}{1}$  N=CH  $\frac{R^2}{1}$  R<sub>3</sub>

где  $R_1$  означает  $C_2\text{-}C_6\text{Alk}$ ; - $C_6\text{H}_4\text{-}$ , -Ph-Ph-, -Ph-CH $_2\text{-}$ Ph-;

R<sub>2</sub>-H, OH;

R<sub>3</sub> - H, OH, NO<sub>2</sub>, CH<sub>3</sub>, OCH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>;

R<sub>4</sub> -H, OH, CH<sub>3</sub>, OCH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>;

 $R_5$  - H, OH, CH $_3$ , OCH $_3$ , -CH $_2$ N(CH $_3$ ) $_2$ , при условии, что хотя бы один из радикалов R  $_3$ , R  $_4$  или  $R_5$  обозначает CH $_2$ N(CH $_3$ ) $_2$ ,

- в качестве ускорителей отверждения эпоксидных смол.
- 2. Способ получения бис-N, N-диметиламинометилированных ароматических оснований Шиффа общей формулы

$$\begin{array}{c|c}
R_3 & \\
R_4 & \\
R_5
\end{array}$$
-CH=N-R\_1 N=CH-
$$\begin{array}{c}
R_2 \\
R_4 \\
R_5
\end{array}$$

где R<sub>1</sub> - R<sub>5</sub> - как указано в п.1,

отличающийся тем, что исходное бис-ароматическое основание Шиффа (бис-АОШ) общей формулы

$$\begin{array}{c|c}
R_3 & \\
R_4 & \\
R_5
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
R_2 \\
R_4
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
R_3 \\
R_4
\end{array}$$

15 где  $R'_1$  -  $C_2$ - $C_6$  (Alk),  $C_6H_4$ , Ph-Ph, Ph-CH  $_2$ -Ph:

R'<sub>2</sub> - H, OH, R<sub>3</sub> - H, NO<sub>2</sub>, CH<sub>3</sub>, OCH<sub>3</sub>;

R<sub>4</sub> - H, OH, CH<sub>3</sub>, OCH<sub>3</sub>,

 $R_5$  - H, OH, CH $_3$ , OCH $_3$  при условии, что хотя бы один из  $R_3$ ,  $R_4$  или  $R_5$  обозначает водород,

подвергают взаимодействию с N,N-тетраметилметиленбисамином (Бисамин) в среде  $C_1$ - $C_4$  алифатического спирта при мольном соотношении (бис-AOШ): бисамин: спирт, равном 1,0: 4,1 - 4,5: 2,5 - 10,0, при температуре 80 - 120°C и давлении 1 - 6 атм.

C

9

 $\alpha$ 

30

25

5

10

35

40

45

50

55

60

-6-

	Исходный продукт	Продукт реакции			
4.	Бис-4,4'-(2-окси-бензилиден)- пара-дифенил-фенилен-диимин	Бис-4,4 -(2-окси-3,5-и,и-диметил- аминометилен-бензилиден)-пера- дифенил-фенилен-диимин			
5.	Бис-4;4°-(2-окси-бензилиден)- дифенилметан-диимин	Бис-4,4 -(2-окси-3,5-N,N- аминометилен-бензилиден)-дифе- нилметен-диимин			
6.	Бис-I,6'-(2-окси-бензилиден)- гексаметилендиимин	Бис-1,6 -(2-окси-3,5-N,N- аминсметилен-бензилиден)- гексаметилендиимин			
7.	Бис-I,6 -(4-окси-бензилиден)- гексаметилендиимин	Бис-1,6 -(4-окси-3,5-N,N- аминометилен-бензилиден)- гексаметилендиимин			
8.	Бис-4,4'-(4-окси-бензилиден)- дифенилметан-диимин	Бис-4,4 - (4-скси-3,5-N,N- аминометилен-бензилиден)-дифе- нилметан-диимин			
9.	Бис-4,4 -(4-окси-бензилиден)- пара-дифенил-фенилен-диимин	Бис-4,4 -(4-окси-3,5-и,и-диметил- вминометилен-бензилиден)-пара- дифенил-фенилен-димин			
10.	Бис-I,2 -(2-окси-бензилиден)- фенилендиимин	Бис-1,2 -(2-окси-3,5-N,N-диметил- еминометилен-бензилиден)-фенилен- диимин			
II.	Бис-I,4 -(4-окси-бензилиден)- фенилендиимин	Бис-I,4 -(4-окси-3,5-N,N-диметил- аминометилен-бензилиден)-фенилен- диимин			
12.	Бис-I,2(4-окси-бензилиден)- этилендиимин	Бис-I,2 -(4-окси-3,5-N,N-диметил- аминометилен-бензилиден)-этилен- диимин			
13.	Бис-I,3 -(4-окси-бензилиден)- фенилендиимин	Бис-1,3 -(4-окси-3,5-N,N-диметил- аминометилен-бензилиден)-фенилен- диимин			
14.	Бис-I,2-(4-окси-бензилиден)- фенилендиимин	Бис-1,2 -(4-окси-3,5-N,N-диметил- аминометилен-бензилиден)-фенилен- диимин			
15.	Бис-I,6-(2-окси-3-нитро-бен- зилиден)-гексаметилендиимин	Бис-I,6 -(2-окси-3-нитро-5-и, N- диметиламинометилен-бензилиден)- гексаметилендиимин			
_ I6.	Бис-1,4-(2-окси-3-нитро-бен- т зилиден)-фенилендиимин	Бис-1,4 -(2-окси-3-нитро-5-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- фенилендиимин			

		<u> </u>	
17.	Бис-1,2-(2-окси-3-нитро-бен- зилиден)-фенилендиимин	Бис-1,4 -(2-окси-3-нитро-5-и,и- диметиламинометилен-бензилиден)- фенилендиимин	•
18.	Бис-I,4-(2-окси-3-нитро-бен- зилиден)-пара-дифенил-фени- лен-диимин	Бис-1,4 -(2-окси-3-нитро-5-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- пера-дифенил-фенилен-диимин	•
19.	Бис-I,4-(2-окси-3-нитро-бен- зилиден)-дифенил-диимин	Бис-1,4 -(2-окси-3-нитро-5-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- дифенил-диимин	•
20.	Бис-I,6-(2-окси-3-нитро-бен- зилиден)-гексаметилендиимин	Бис-1,6 -(2-окси-3-нитро-5-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- гексеметилендиимин	
21.	Бис-I,3-(2-окси-3-нитро-бен- зилиден)-фенилендиимин	Бис-1,3 -(2-окси-3-нитро-5-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- фенилендиимин	
22.	Бис-I,6-(2-окси-3-метокси- бензилиден)-гексаметилендиимин	Бис-1,6-(2-окси-3-метокси-5-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- гексаметилендиимин	
23.	Бис-I,4-(2-окси-3-метокси- бензилиден)-фенилендиимин	Бис-1,4-(2-окси-3-метокси-5-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- фенилендиимин	C 2
24.	Бис-I,3-(2-окси-3-метокси- бензилиден)-фенилендиимин	Бис-1,3-(2-окси-3-метокси-5-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- фенилендиимин	0 3
25.	Бис-I,4-(2-окси-3-метокси- бензилиден)-пара-дифенил-фени- лен-диимин	Бис-1,4-(2-окси-3-метокси-5-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- пара-дифенил-фенилен-диимин	1 6
	Бис-4,42 (2-окси-3-метокси-	Бис-1,6-(2-окси-3-метокси-5-N,N-	9
26.	бензилиден)-дифенилметан- диимин	диметилеминометилен-Септилиден; дифенилметандинмин	c T
27.	Бис-I,6-(2-окси-3-метокси- бензилиден)-гексеметилендиимин	Бис-1,6-(2-окси-3-метокси-5-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- гексаметилендиимин	
28.	Бис-I,2-(2-окси-3-метокси- бензилиден)-фенилендиимин	Бис-1,2-(2-окси-3-метокси-5-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- фенилендиимин	œ
29.	Бис-I,2-(3-метокси-4-окси- бензилиден)-этилендиимин	Бис-1,2-(3-метокси-4-окси-5-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- етилендиимин	
30.	Бис-I,4-(3-метокси-4-окси- бензилиден)-фенилендиимин	Бис-I,4-(3-метокси-4-окси-5-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- фенилендиимин	
31.	Бис-1,3-(3-метокси-4-окси- бензилиден)-фенилендиимин	Бис-I,4-(3-метокси-4-окси-5-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- фенилендиимин	

-8

	-				
32.	Бис-4,4-(3-метокси-4-окси- бензилиден)-пара-дифенил-фени- лен-диимин	Бис-4,4-(3-метокси-4-окси-5-к,к- диметиламинометилен-бензилиден)- пара-дифенил-фенилен-диимин			
33.	Бис-4,4°(3-метокси-4-окси- бензилиден)-дифенилметан- диимин	Бис-4,4-(3-метокси-4-окси-5-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- дифенилметендиимин			
34.	Бис-I,6-(3-метокси-4-окси- бензилиден)-гексеметилендиимин	Бис-I,6-(3-метокси-4-окси-5-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- гексаметилендиимин			
35.	Бис-I,2-(3-метокси-4-окси- бензилиден)-фенилендиимин	Бис-I,2-(3-метокси-4-окси-5-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- фенилендиимин			
36.	Бис-I,2-(2-окси-5-метил- бензилиден)-этилендиимин	Бис-I,2-(2-окси-5-метил-3-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- этилендиимин			
37.	Бис-I,6-(2-окси-5-метил- бензилиден)-гексаметилендиимин	Бис-I,6-(2-окси-5-метил-3-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- гексаметилендиимин			
38.	Бис-I,2-(2-окси-5-метил- бензилиден)-фенилендиимин	Бис-I,2-(2-окси-5-метил-3-и,и- диметилеминометилен-бензилиден)- фенилендиимин			
39.	Бис-I,3-(2-окси-5-метил- бензилиден)-фенилендиимин	Бис-I,3-(2-окси-5-метил-3-и,и- диметилеминометилен-бензилиден)- фенилендиимин			
40.	Бис-4,4°(2-окси-5-метил- бензилиден)-фенилендиимин	Бис-4,4-(2-окси-5-метил-3-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- фенилендиимин			
41.	Бис-4,4°(2-окси-5-метил- бензилиден)-пара-дифенил- фенилен-диимин	Бис-4,4-(2-окси-5-метил-3-и,и- диметиламинометилен-бензилиден)- пара-дифенил-фенилен-диимин			
42.	Бис-4,4°(2-окси-5-метил- бензилиден)-дифенил-диимин	Бис-4,4-(2-окси-5-метил-3-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- дифенил-диимин			
43.	Бис-I,2-(2-окси-3-метил- бензилиден)-этилендиимин	Бис-I,2-(2-окси-3-метил-5-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- этилендиимин			
Τ-	Бис-1;6-(2-окси-3-метил-	Бис-I,6-(2-окси-3-метил-5-N,N-			
44.	бенэилиден)-гексаметилендиимин	диметилеминометилен-бензилиден)- гексаметилендинмин			
۲ 45.	Бис-I,2-(2-окси-3-метил- бензилиден)-фенилен-диимин	Бис-1,2-(2-окси-3-метил-5-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- фенилен-диимин			

9

### Продолжение

_		
46.	Бис-I,3-(2-окси-3-метил- бензилиден)-фенилен-диимин	Бис-I,3-(2-окси-3-метил-5-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- фенилен-диимин
47.	Бис-I,4-(2-окси-3-метил- бензилиден)-фенилен-диимин	Бис-1,4-(2-окси-3-метил-5-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- фенилен-диимин
48.	Бис-4,4-(2-окси-3-метил- бензилиден)-пера-дифенил- фенилен-диимин	Бис-4,4-(2-окси-3-метил-5-и,и- диметиламинометилен-бензилиден)- пара-дифенил-фенилен-диимин
49.	Бис-I,4-(2-окси-3-метил- бензилиден)-дифенилметан- диимин	Бис-4,4-(2-окси-3-метил-5-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- дифенилметен-диимин
50.	Бис-I,2-(2-окси-5-нитро- бензилиден)-этилендиимин	Бис-1,2-(2-окси-5-нитро-3-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- этилендиимин
51.	Бис-1,6-(2-окси-5-нитро- бензилиден)-гексаметилен- диимин	Бис-I,6-(2-окси-5-нитро-3-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- гексамтилендиимин
52.	Бис-I,2-(2-окси-5-нитро- бензилиден)-фенилен-диимин	Бис-I,2-(2-окси-5-нитро-3-n,n- диметиламинометилен-бензилиден)- фенилен-диимин
53.	Бис-I,3-(2-окси-5-нитро- бензилиден)-фенилен-диимин	Бис-I,2-(2-окси-5-нитро-3-м,м- диметиламинометилен-бензилиден)- фенилен-диимин
Б 54. <sup>Л</sup>	ис-I,4-(2-окси-5-нитро-бензи- иден)-фенилен-диимин	Бис-I,4-(2-окси-5-нитро-3-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- фенилен-диимин
— В 55.л	ис-I,4-(2-окси-5-нитро-бензи- иден)-пера-дифенил-фенилен- диимин	Бис-I,4-(2-окси-5-нитро-3-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- пере-дифенил-фенилен-диимин
56. <mark>Б</mark>	ис-I,4-(2-окси-5-нитро-бензи- иден)-дифенилметан-диимин	Бис-I,4-(2-окси-5-нитро-3-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- дифенилметан-диимин
57.	Бис-I,2-(3-нитро-4-оксибен- зилиден)-этилендиимин	Бис-1,2-(3-окси-4-нитро-5-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- этилен-диимин
58.	Бис-I,6-(3-нитро-4-оксибен- зилиден)-гексаметилендиимин	Бис-I,6-(3-окси-4-нитро-5-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- гексаметилендиимин
		L

59.	Бис-4,4°(3-нитро-4-оксибен- зилиден)-дифенилметан-диимин	Бис-4,4-(3-окси-4-нитро-5-и,и- диметилеминометилен-бензилиден)- дифенилметан-диимин
60.	Бис-I,2-(3-нитро-4-оксибен- зилиден)-фенилен-диимин	Бис-I,2-(3-окси-4-нитро-5-и, N- диметиламинометилен-бензилиден)- фенилен-диимин
61.	Бис-I,3-(3-нитро-4-оксибен- зилиден)-фенилен-диимин	Бис-I,3-(3-окси-4-нитро-5-и, n- диметилеминометилен-бензилиден)- фенилен-диимин
62. —	Бис-I,4-(3-нитро-4-оксибен- зилиден)-фенилен-диимин	Бис-I,4-(3-окси-4-нитро-5-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- фенилен-диимин
63. —	Бис-4,4° (3-нитро-4-оксибен- зилиден)-пара-дифенил-фенилен имин	Бис-4,4-(3-окси-4-нитро-5-и,и- диметилеминометилен-бензилиден)- пара-дифенил-фенилен-диимин
64.	Бис-I,3-(2-окси-3-метокси- бензилиден)-три-метилендиимин	Бис-1,3-(2-окси-3-метокси-5-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- три-метилендиимин
65.	Бис-I,3-(2-окси-3-метил- бензилиден)-три-метилендиимин	Бис-1,3-(2-окси-3-метил-5-и,и- диметилеминометилен-бензилиден)- три-метилендиимин
66.	Бис-I,3-(2-окси-5-метил- бензилиден)-три-метилендиимин	Бис-I,3-(2-окси-5-метил-3-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- три-метилендиимин
67.	Бис-I,3-(3-окси-бензилиден- три-метилендиимин	Бис-I,3-(3-окси-бензилиден-2,4-N,1 диметиламинометилен-бензилиден)- три-метилендиимин
68.	Бис-I,3-(4-окси-бензилиден- три-метилендиимин	Бис-I,3-(4-окси-2,4-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- три-метилендиимин
69.	Бис-1,3-(2-окси-3-нитро-бен- зилиден)- три-метилендиимин	Бис-I,3-(2-окси-3-нитро-5-и,и- диметилеминометилен-бензилиден)- три-метидендиимин
70.	Бис-I,3-(2-окси-5-нитро-бен- зилиден)- три-метилендиимин	Бис-I,3-(2-окси-5-нитро-3-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- три-метилендиимин
71.	Бис-I,3-(4-окси-3-нитро-бен- зилиден)- три-метилендиимин	Бис-1,3-(4-окси-3-нитро-3-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- три-метилендиимин

C 2

0 9

 $\mathbb{R}$ 

### Продолжение

Бис-I,3-(2-окси-3-метокси-бен- 2. зилиден)- три-метилендиимин	Бис-I,3-(2-окси-3-метокси-5-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- три-метилендиимин
Бис-I,4-(4-окси-3-метокси-бен- 3. зилиден)-тетро-метилендиимин	Бис-I,3-(4-окси-3-метокси-5-n, n- диметиламинометилен-бензилиден)- тетро-метилендиимин
Бис-I,4-(2-окси-3-метил-бен- 4. зилиден)-тетро-метилендиимин	Бис-I,3-(2-окси-3-метил-5-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- тетро-метилендиимин
Бис-1,4-(2-окси-6-метил-бен- 5. зилиден)-тетро-метилендиимин	Бис-I,4-(2-окси-6-метил-3,5-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- тетро-метилендинмин
Бис-I,4-(2-окси-бензилиден)- 6. тетро-метилендиимин	Бис-I,4-(2-окси-3-метил-3,5-N,N- диметилеминометилен-бензилиден)- тетро-метилендиимин
Бис-I,4-(3-окси-бензилиден)- 7. тетро-метилендиимин	Бис-I,4-(3-окси-2,4-N,N-диметил еминометилен-бензилиден)-тетро- метилендиимин
Бис-I,3-(2-окси-3-нитро-бен- 8. эилиден)-тетра-метилендиимин	Бис-I,3-(2-окси-3-нитро-5-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- тетро-метилендиимин
Бис-I,4-(2-окси-5-нитро-бен- 9. зилиден)-тетра-метилендиимин	Бис-I,3-(2-окси-5-нитро-3-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- тетро-метилендиимин
Бис-I,4-(4-окси-3-нитро-бен- О. зилиден)-тетра-метилендиимин	Бис-I,3-(4-окси-3-нитро-5-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- тетро-метилендиимин
Бис-I,4-(2-окси-3-метокси-бен- I. зилиден)-тетро-метилендиимин	Бис-I,4-(2-окси-3-метокси-5-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- тетро-метилендиимин
Бис-I,4-(4-окси-бензилиден)- 2. тетро-метилендиимин	Бис-I,3-(2-окси-3,5-N,N- диметиламинометилен-бензилиден)- тетро-метилендиимин

Таблица 2

Jè, Jè	, Исходный альдегид	Исходный амин	Продукт			
4.	2-окси-бензаль-	пара-дифенил-	Бис-4,4°-(2-окси-бензилиден)			
	дегид	фенилен-диамин	пара-дифенил-фенилен-диимин			
5.	2-окси-бензаль-	I,4-диамин-дифе-	Бис-4,4°-(2-окси-бензилиден)			
	дегид	нилметан	дифенилметан-диимин			
6.	2-окси-бензаль-	гекса-метилен-	Бис-I,6'-(2-окси-бензилиден)			
	дегид	диамин	гексеметилендиимин			
7.	4-окси-бензаль-	гекса-метилен-	Бис-I,6 -(4-окси-бензилиден)			
	дегид	диамин	гексаметилендиимин			
8.	4-окси-бензель-	I,4-диамин-дифе-	Бис-4,4°-(4-окси-бензилиден)			
	дегид	нилметен	дифенилметен-диимин			
9.	4-окси-бензаль-	пара-дифенил-фе-	Бис-4,4 -(4-окси-бензилиден)			
	дегид	нилен-диомин	пара-дифенил-фенилен-диимин			
10.	4-окси-бензаль-	орто-фенилен-	Бис-I,2 -(4-окси-бензилиден)			
	дегид	нимвид	фенилендиимин			
II.	4-окси-бензаль-	пара-фенилен-	Бис-I,4 -(4-окси-бензилиден)			
	дегид	нимзир	фенилендиимин			
12.	4-окси-бензаль- дегид	этилендиамин	Бис-I,2(4-окси-бензилиден) этилендиимин			
13.	4-окси-бензаль-	мета-фенилен-	Бис-I,3 -(4-окси-бензилиден)			
	дегид	диамин	фенилендиимин			
14.	2-окси-бензаль-	мета-фенилен-	Бис-I,3-(4-окси-бензилиден)-			
	дегид	диамин	фенилендиимин			
15.	2-окси-3-нитро-	гексаметилен-	Бис-I,6-(2-окси-3-нитро-бен-			
	бензальдегид	диамин	зилиден)-гексеметилендиимин			
16.	2-окси-3-нитро-	пара-фенилен-	Бис-I,4-(2-окси-3-нитро-бен-			
	бензальдегид	диамин	зилиден)-фенилендимин			

7.	2-окси-3-нитро-	орто-фенилен-	Бис-I,2-(2-окси-3-нитро-бен-
	бензальдегид	диамин	зилиден)-фенилендиимин
[8.	2-окси-3-нитро- бензальдегид	пара-дифенил- фенилен-диамин	Бис-1.4-(2-окси-3-нитро-бен- зилиден)-пара-дифенил-фени- лен-диимин
19.	2-окси-3-нитро-	I,4-диамин-дифе-	Бис-I,4-(2-окси-3-нитро-бен-
	бензальдегид	нилметан	зилиден)-дифепил-диимин
20.	2-окси-3-нитро-	гекса-метилен-	Бис-I,6-(2-окси-3-нитро-бен-
	бензальдегид	диамин	зилиден)-гексаметилендиимин
SI.	2-окси-3-нитро-	-неплинеф-стэм	Бис-I,3-(2-окси-3-нитро-бен-
	бензальдегид	нимсиц	зилиден)-фенилендиимин
22.	2-окси-3-меток-	гекса-метилен-	Бис-I,6-(2-окси-3-метокси-
	си-бензальдегид	диамин	бензилиден)-гексаметилендиимин
23.	2-окси-3-меток-	пара-фенилен-	Бис-I, 4-(2-окси-3-метокси-
	си-бензальдегид	диамин	бензилиден)-фенилендиимин
21.	2-окси-3-меток-	мета-фенилен-	Бис-I,3-(2-окси-3-метокси-
	си-бензальдегид	диамин	бензилиден)-Фенилендиимин
25.	2-окси-3-меток- си-бензальдегид	пара-дифенил- фенилен-диамин	Бис-I, 4-(2-окси-3-метокси- бензилиден)-пара-дифенил-фени- лен-диимин
26.	2-скси-3-меток- си-бензальдегид	I,4-диамин-дифе- нилметан	Бис-4,4*(2-окси-3-метокси- бензилиден)-дифенилметан- диимин
27.	2-окси-3-меток-	гекса-метилен-	Бис-I,6-(2-окси-3-метокси-
	си-бензальдегид	диамин	бенсилиден)-гексаметилендиимин
28.	2-окси-3-меток-	орта-фенилен-	Бис-I,2-(2-окси-3-метокси-
	си-бензальдегид	диамин	бензилиден)-фенилендиимин
29.	З-метокси-4-ок- си-бензальдегид	нимеиднеките	Бис-I,2-(3-метокси-4-окси- бензилиден)-этилендиимин
30.	З-метокси-4-ок-	пара-фенилен-	Бис-I,4-(3-метокси-4-окси-
	си-бензальдегид	диамин	бензилиден)-фенилендиимин
31.	3-метокси-4-ок-	-нецинеф-стем	Бис-I,3-(3-метокси-4-окси-
	си-бензальдегид	ниманд	бензилиден)-фенилендиимин

N

ပ

ဖ

ဖ

 $\alpha$ 

46.	2-окси-3-метил бензальдегид	мета-фенилен- диамин	Бис-1,3-(2-окси-3-метил- бензилиден)-фенилен-диимин
47.	2-окси-3-метил бензальдегид	пара-фенилен- диамин	Бис-I,4-(2-окси-3-метил- бензилиден)-фенилен-диимин
48.	2-окси-З-метил бензальдегид	пара-дифенил- фенилен-диамин	Euc-I,2-(2-окси-3-метил- бензилиден)-пара-дифенил- фенилен-диимин
49.	2-окси-3-метил бензальдегид	I,4-диамин-дифе- нилметан	Бис-I,4-(2-окси-3-метил- бензилиден)-дифенилметан- диимин
50.	2-окси-5-нитро- бензальдегид	этилендиамин	Бис-I,2-(2-окси-5-нитро- бензилиден)-этилендиимин
51.	2-окси-5-нитро- бензальдегид	гекса-метилен- диамин	Бис-I,6-(2-окси-5-нитро- бензилиден)-гексаметилен- диимин
52.	2-окси-5-нитро- бензальдегид	орта-фенилен- диамин	Бис-I,2-(2-окси-5-нитро- бензилиден)-фенилен-диимин
53.	2-окси-5-нитро- бензальдегид	мета-фенилен- диамин	Бис-I,3-(2-окси-5-нитро- бензилиден)-фенилен-диимин
54.	2-окси-5-нитро- бензальдегид	пара-фенилен- диамин	Бис-I,4-(2-окси-5-нитро-бензи- лиден)-фенилен-диимин
55.	2-окси-5-нитро- бензальдегид	пара-дифенил- фенилен-диамин	Бис-I,4-(2-окси-5-нитро-бензи- лиден)-пара-дифенил-фенилен- диимин
56.	2-окси-5-нитро- бензальдегид	I,4-диамин-дифе- нилметанн	Бис-I,4-(2-окси-5-нитро-бензи- лиден)-дифенилметан-диимин
57.	3-нитро-4-окси- бензальдегид	этилендиамин	Бис-I,2-(3-нитро-4-сксибен- зилиден)-этиленимин
58.	3-нитро-4-окси- бензальдегид	гексаметилен- диамин	Бис-1,2-(3-нитро-4-оксибен- зилиден)-гексаметилендиимин
1	•		

0 3

RU

ļ

59.	З-нитро-4-окси-	I,4-диамин-дифе-	Бис-I,2-(3-нитро-4-оксибен-
	бензальдегид	нилметэн-диамин	зилиден)-дифенилметэн-диимин
60.	З-нитро-4-окси-	орта-фенилен-	Бис-I,2-(3-нитро-4-оксибен-
	бензальдегид	диамин	зилиден)-фенилен-диимин
61.	3-нитро-4-окси-	мета-фенилен-	Бис-I,3-(3-нитро-4-оксибен-
	бензальдегид	диамин	зилиден)-фенилен-диимин
62.	3-нитро-4-окси-	пара-фенилен-	Бис-I, 4-(3-нитро-4-оксибен-
	бензальдегид	диамин	зилиден)-фенилен-диимин
63.	3-нитро-4-окси- бензальдегид	пара-дифенил- фенилен-диамин	Бис-I, 4-(3-нитро-4-оксибен- зилиден)-дифенил-фенилен-ди- имин
64.	2-окси-3-меток-	три-метилен-	Бис-I,3-(2-окси-3-метокси-
	си-бензальдегид	диамин	бензилиден)-три-метилендиимин
65.	2-окси-3-метил-	три-метилен-	Бис-I,S-(2-окси-3-метил-
	бензальдегид	диамин	бензилиден)-три-метилендиимин
66.	2-окси-5-метил-	три-метилен-	Бис-I,3-(2-окси-5-метил-
	бензальдегид	диамин	бензилиден)-три-метилендиимин
67.	3-скси-	три-метилен-	Бис-1,3-(3-окси-бензилиден-
	бензальдегид	диамин	три-метилендиимин
68.	1-окси-	три-метилен-	Бис-I,3-(3-окси-бензилиден-
	бензальдегид	диамин	три-метилендиимин
69.	2-окси-3-нитро-	три-метилен-	Бис-I,3-(2-окси-3-нитро-бен-
	бензальдегид	диамин	зилиден)- три-метилендиимин
70.	2-окси-5-нитро-	три-метилен-	Бис-1,3-(2-окси-5-нитро-бен-
	бензальдегид	диамин	зилиден)- три-метилендиимин
71.	4-окси-2-нитро-	три-метилен-	Бис-1,3-(2-окси-5-нитро-бен-
	бензальдегид	димент	зилиден)- три-метилендиимин
L			

72.	2-окси-3-метокси-	три-метилен-	Бис-I,3-(2-окси-3-метокси-бен-
	бензальдегид	диамин	зилиден)- три-метилендиимин
73.	4-окси-3-метокси-	тетро-мети-	Бис-I,4-(4-окси-3-метокси-бен-
	бензальдегид	лен-диамин	зилиден)-тетро-метилендиимин
4.	2-экси-3-метил-	тетро-мети-	Бис-1,4-(2-окси-3-метил-бен-
	бензальдегид	лен-диамин	зилиден)-тетро-метилендиимин
<b>7</b> 5.	2-окси-6-метил-	тетро-мети-	Бис-I,4-(2-окси-6-метил-бен-
	бензальдегид	лен-диамин	зилиден)-тетро-метилендиимин
76.	2-окси-	тетро-мети-	Бис-I,4-(2-скси-бензилиден)-
	бензальдегид	лен-диамин	тетро-метилендиимин
7.	3-окси-	тетро-мети-	Бис-I,4-(3-окси-бензилиден)-
	бензальдегид	лен-диамин	тетро-метилендиимин
'8.	2-окси-3-нитро-	-итем-сqтет	Бис-I,3-(2-окси-3-нитро-бен-
	бензальдегид	нимеид-нес	зилиден)-тетра-метилендиимин
'9,	2-окси-5-нитро-	тетро-мети-	Бис-I,3-(2-окси-5-нитро-бен-
	бензальдегид	лен-диамин	зилиден)-тетра-метилендиимин
3Q.	4-окси-3-нитро-	тетро-мети-	Бис-1,3-(4-окси-3-нитро-бен-
	бөнзэльдегид	лен-диамин	зилиден)-тетра-метилендиимин
31.	2-скси-3-метокси-	тетро-мети-	Бис-I,4-(2-окси-3-метокси-бен-
	бензальдегид	лен-диамин	зилиден)-тетро-метилендиимин
32.	4-окси-	тетро-мети-	Бис-I,4-(4-окси-бензилиден)-
	бензальдегид	лен-диамин	тетро-метилендиимин

Таблица 3

N	Выход Молек.		Титр.		Найден	٥, ٤	Формула	Выч	ислено	
соед	8	масса	азот	С	Н	И	1	С	Н	N
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
4	94,1	620,8	9,02/ 8,78	74,09	8,21	14,0	Cathorna	73,51	7,79	13,54
5	88,75	634,84	8,82/ 8,71	74,21	8,34	14,2	G. H. O. N.	73,78	7,94	13,24
6	85,76	552,78	10,13 / 9,7	70,46	10,01	15,63	C, H, Q, N,	69,52	9,48	15,20
7	84,86	552,78	10,13 /9,61	71,00	9,89	15,54	C, H, O, N	69,52	9,48	15,20
8	90,59	634,84	8,82/ 7,99	74,29	8,34	13,70	C H O N	73,51	7,94	13,24
9	86,01	620,8	9,03/ 8,67	73,92	8,29	14,01	CHAP N	73,51	7,79	13,54
10	94,2	544,72	10,28 /9,69	71,00	8,30	15,63	Cg: HanO. Ng	70,55	8,14	15,43
11	86,06	544,72	10,28 /9,87	71,04	8,45	15,91	Gr. H.O. N.	70,55	8,14	15,43
12	94,6	496,68	11,28/ 10,93	68,1	9,56	16,08	C <sub>J5</sub> H <sub>yq</sub> O <sub>2</sub> N <sub>g</sub>	67,70	9,74	16,92
13 .	87,5	544,72	10,28 /8,99	69,88	8,80	15,7	Son Hand No	70,55	8,14	15,43
14	88,6	544,72	10,28 /9,37	71,05	8,50	15,83	Ç, H, O, N,	70,55	8,14	15,43
15	83,3	472,49	5,93/ 4,94	57,0	6,34	18,01	C.H.P.N.	55,92	5,97	17,78
16	87,0	520,534	5,38 /4,68	60,8	5,82	16,1	CHON	59,99	5,42	16,15
17	89,0	520,534	5,38	59,09	5,71	16,5	CHON	59,99	5,42	16,5

RU 1161603 C2

Таблица 3 (продолжение)

и соед		Молек.	Титр.		Найден	o, &	Формула	Выч	исленс	•
СОЕД	•	Macca	4301	С	н	N		C	н	N
1	2	3.	4	5	6	7	8	9	10	11
18	81,9	596,6	4,69/ 4,31	65,0	5,57	13,89	Cathao Ng	64,42	5,41	14,09
19	93,2	609,6	4,6 / 4,29	64,57	5,83	13,49	C3 H 10 N	65,01	5,45	13,78
20.	87,4	528,6	5,30 /5,41	60,31	7,02	16,15	C26 H34O8 N8	59,07	6,86	15,90
21	90,4	520,53	5,38 /4,94	61,01	5,40	15,87	Con Ho No	59,99	5,42	16,15
22	93,04	442,5	6,33/ 5,89	66,0	7,97	13,05	Cy HyOO Ny	65,13	7,74	12,66
23	81,24	490,6	5,71/ 5,21	69,04	7,35	11,87	C <sub>23</sub> H <sub>34</sub> O <sub>4</sub> N <sub>4</sub>	68,55	6,98	11,42
24	86,8	490,60	5,71 /4,96	69,07	7,21	11,07	G. H. J. O. N.	68,55	6,98	11,42
25	87,2	566,7	4,94	71,94	7,03	10,00	C <sub>4</sub> H <sub>3</sub> D <sub>4</sub> N <sub>4</sub>	72,06	6,76	9,88
26	96,21	580,70	4,82/ 5,01	71,87	7,06	10,02	Cashaoa na	72,39	6,94	9,65
27	89,9	498,65	5,62 /5,05	69,00	8,51	11,56	Catherda Na	67,44	8,42	11,24
28	93,5	490,58	5,71 /5,34	68,36	7,16	5,83	CygH <sub>34</sub> O <sub>4</sub> N <sub>4</sub>	68,55	8,42	5,71
29	95,0	442,54	6,33/ 6,01	65,65	7,99	13,00	C4 H34,04 N4	65,13	7,74	12,66
30	94,0	490,600	5,71 /5,37	69,31	7,21	11,86	CANH34O4N4	68,55	6,98	11,42
31	94,7	490,600	5,71 /5,41	68,25	7,26	11,58	Gehito na	68,55	6,98	11,42
1	- 1	Í	,		S	ſ		<b>S</b>		

RU ~ 161603 C

8

Таблица 3 (продолжение)

N	Выход	Молек.	Титр.	1	Найден	૦, ક	Формула	Выч	ислено	
соед	<b>9</b>	масса	азот	С	Н	N	1	С	Н	И
1	· 2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
32 -	82,4	566,67	4,94/. 4,07	72,29	6,49	10,24	C <sup>a</sup> , H <sup>a</sup> O, N,	72,06	6,76	9,88
33	82,7	580,7	4,82/ 3,99	71,99	6,81	10,54	C3-H4O4 N4	72,39	6,94	9,65
34	94,6	498,65	5,62 /5,32	67,73	8,90	11,44	CHON	67,44	8,42	11,24
35	90,2	490,600	5,71 /5,15	68,84	6,83	11,02	CHONNY	68,55	6,98	11,42
36	88,40	410,5	6,82/ 6,03	70,61	8,56	13,93	Can Han OF INA	70,21	8,35	13,65
37	88,5	466,65	6,00/ 5,31	72,55	9,43	12,41	Setup Ny	72,06	9,07	12,00
38 .	93,1	458,60	6,11 /5,69	73,12	7,87	12,34	C H O N	73,33	7,47	12,22
39	95,1	458,6	6,11 /5,81	73,21	7,69	12,45	G H O N	73,33	7,47	12,22
40	79,2	458,60	6,11/ 4,84	74,00	7,67	12,65	CH 02 N4	73,33	7,47	12,22
41.	89,3	534,7	5,24 /4,68	76,47	7,41	10,94	Cay Ha Oa Ny	76,37	7,16	10,48
42	96,86	548,70	5,10 /4,94	77,00	7,54	10,65	CATHADE NA.	76,61	7,35	10,21
43	93,4	410,54	6,82/ 6,37	70,65	8,80	13,94	TA BATA	70,21	8,35	13,65
44	89,0	466,650	6,00 /5,34	73,06	10,0	11,94	CPH AD IN	72,06	9,07	12,00
45	94,1	458,600	6,11 /5,75	73,84	7,68	12,34	CHON	73,33	7,47	12,22
1	•									

ပ

က

9

9

R U

Таблица 3 (продолжение)

	T			T			<del></del>			
N соед	Выход %	Молек. масса	Титр.		Найден	0, 8	Формула	Выч	ислено	
				С	Н	N		С	Н	N
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
46	92,3	458,6	6,11/ 5,64	73,94	7,63	12,55	CHON	73,33	7,47	12,22
47	96,0	458,6	6,11/ 5,87	73,87	7,87	12,61	CHONY 24 N 2 N	73,33	7,47	12,22
48	93,7	534,7	5,24 /4,91	77,00	7,35	11,01	CHON 34362 Y	76,37	7,16	10,48
49	94,61	548,7	5,10 /4,82	76,98	7,78	10,59	C HORN,	76,61	7,35	10,21
50	88,36	472,5	5,93/ 5,24	56,32	6,17	18,21	CHON	55,92	5,97	17,79
51	94,34	528,6	5,30/ 5,00	60,04	7,26	16,08	CHON	59,07	6,86	15,90
52	89,4	520,50	5,38 /4,81	60,35	5,74	16,35	CHON 26 18 6 E	59,99	5,42	16,15
53	88,48	520,5	5,38 /4,76	60,41	5,62	16,61	C H O N 26 28 6 6	59,99	5,42	16,15
54	90,52	520,5	5,38/ 4,87	61,06	5,56	16,89	CHON 26.18 8 6	59,99	5,42	16,15
55	89,4	596,6	4,69 /4,19	64,03	4,96	13,87	CHON 32 326 6	64,42	5,41	14,09
56	93,00	609,60	4,60 /4,24	64,91	5,02	12,96	CHON 33 346 6	65,01	5,45	13,78
57	84,0	472,54	5,93/ 5,60	54,83	5,25	17,12	CHON 22 28 6 6	55,92	5,97	17,78
58	85,3	528,6	5,3 /5,05	58,85	6,34	15,34	C26H36GN6	59,07	6,86	15,90
59	90,4	609,6	4,60 /4,16	64,87	5,06	13,29	C33 34 6 6	65,01	5,45	13,78
		1	)					}		

RU ~161603 C2

Таблица 3 (продолжение)

И	Эыход %	Молек. масса	Титр.		Найден	0, %	Формула	Выч	ислено	
соед	-5	Macca	4301	С	. н	. N		С	H	N
,1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
60	98,7	520,5	5,38/ 5,48	59,94	5,22	16,44	CHON	59,99	5,42	16,15
61	92,2	520,5	5,38/ 4,96	58,74	5,06	15,93	CHON 161866	59,99	5,42	16,15
62	93,1	520,5	5,38 /5,01	58,87	5,01	15,79	C H O N	59,99	5,42	16,15
63	83,9	596,6	4,69 /4,19	65,03	5,69	14,58	CHON SESSE	64,42	5,41	14,09
64	96,6	456,6	6,13/ 5,94	66,67	6,99	11,57	CHONY	65,76	7;94	12,27
65	90,5	424,5	6,60/ 5,97	69,88	8,04	12,82	C II O N 25 36 2 Y	70,72	8,55	13,20
66	89,2	424,50	6,60 /5,89	69,89	8,26	12,81	CHON 25362 Y	70,72	8,55	13,20
67	90,6	508,7	11,01 /9,98	67,67	8,26	16,25	C H O N	68,47	8,72	16,52
68	89,88	510,71	10,97 /9,86	68,61	9,27	16,75	C H O N 19 461 6	68,19	9,07	16,46
69	88,3	486,5	5,76 /5,14	56,94	6,42	17,51	C H O N	56,77	6,21	17,27
70	90,50	486,5	5,76 /5,21	55,94	5,91	16,79	C H O N	56,77	6,21	17,27
71	87,8	486,5	5,76/ 5,06	56,41	5,82	16,81	CHON6	56,77	6,21	17,27
72	90,4	456,6	6,13 /5,54	66,16	7,74	11,87	CHON 25 36 Y	65,76	7,94	12,27
73	85,04	470,0	5,95 /5,06	65,96	7,87	11,38	C H O N 26 38 Y Y	66,35	8,14	11,91
· 1										]

C 2

0

Таблица 3 (продолжение)

и соед	Рыход %	Молек. масса	Титр.	1	Найден	o, %	Формула	Выч	ислено	
CCER	ับ	Macca	8301	С	н	N		С	н	N
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
74	95,61	438,6	6,39/ 6,11	70,80	8,31	12,29	CHON,	71,19	8,73	12,77
75	94,0	438,6	6,39/ 6,01	70,79	8,48	12,37	C.H.O.N.	71,19	8,73	12,77
76	93,4	524,73	10,68 /9,98	68,25	8,85	15,91	C H O N	68,66	9,22	16,02
77.	92,4	524,73	10,68 /9,87	68,37	8,95	15,87	CHON N	68,66	9,22	16,02
78	88,9	500,55	5,59/ 5,23	57,07	6,11	16,17	C.H.O.N.	57,58	6,44	16,59
79	91,9	500,55	5,59/ 5,14	57,12	6,02	16,28	CHON 24 32 6 G	57,58	6,44	16,59
80	91,6	500,55	5,59 /5,12	57,08	6,19	16,19	CHON 24 32 6 6	57,58	6,44	16,59
81	86,9	470,6	5,95 /5,17	65,91 ·	7,78	11,59	CHON 26 38 V V	66,35	8,14	11,91

æ ⊂

တ

တ

ယ

C 2

N

Z

Таблица 4

Теплофизические свойства эпоксидных композиций, отвержденных бис-диметиламинометилированных ароматических оснований шиффа.

Ускоритель! из примера!! Масс.ч.на! 100 масс.ч.! смолы!	стой ! кость ! по Вика,!	стекло- вания, С	! экзотер- ! мического	! начала o! потери ! веса,
1	2	3 .	. 4	5
[2]/-	120	150	255	250
[2]/10	96	80	255	245
[2]/4	122	107	134	270
[2]/3	132	112	139	271
[2]/2	146	118	150	283
[2]/1	78	123	158	260
4/2.5	120	118	283	270
4/1.0	. 125	123	280	275
8/2.5	123	121	280	271
8/1.0	. 127	124	277	268
15/2.5	139	133	245	252
15/1.0	143	140	238	250
19/2.5	174	169	290	300
19/1.0	171	165	280	294
25/2.5	181	174	314	327
25/1.0	178	169	312	316
29/2.5	142	1:37	260	279
29/1.0	135	131	254	273

C 2

0 9

 $\alpha$ 

1	2	3	4	5
33/2.5	145	138	305	295
33/1.0	138	129	301	290
34/2.5	148	140	231	240
34/1.0	140	134	225	238
39/2.0	158	150	250	264
39/1.0	150	146	244	260
48/2.0	150	146	216	264
48/1.0	144	1,37	211	260
54/2.0	194	191	348	330
54/1.0	190	186	342	322
55/2.0	160	154	294	302
55/1.0	158	151	290	300
58/2.0	149	144	332	338
58/1.0	140	131	325	330
64/2.0	164	157	255	268
64/1.0	154	147	249	261
66/2.0	169	163	311	314
66/1.0	165	160	306	310
68/2.0	164	158	307	312
68/1.0	159	152	300	305
70/2.0	145	138	265	289
70/1.0	138	130	260	280
74/2.0	182	174	295	304
74/1.0	175	168	290	302
77/2.0	141	131	220	238

R ∪

6 0

C 2

	Табл	ица 4(про	должение)	
1	2	3	4	5 .
77/1.0	132	125	208	248
79/2.0	135	128	228	241
79/1.0	130	121	218	237
82/2.0	168	160	220	240
82/1.0	157	150	210	.235

R ∪

2

တ

603

C 2

2

Z

Таблица 5

Ускорение реакции отверждения эпоксидной смолы (ЭД-20) в присутствии бис-ди-метиламинометили-рованных ароматических оснований Шиффа (1.0-2.5 масс.ч. на 100 масс.ч. смолы).

! едемон ! ! фемон !	азометиновых групп, %	! третичного ! ! атоєв вмотв! ! % !		
•	-		255	
4	4.50	13.38	283	
8	4.41	13.24	280.5	
15	5.93	17.79	246.5	
19	4.59	13.78	292	
25	4.90	14.83	314	
29	6.30	18.99	263	
33	4.80	14.47	306	
. 34	5.68	16.85	233	
39	6.19	18.33	254	
48	5.24	15.71	218	
54	5.38	16.15	350	
55	4.78	14.08	298	
58	5.30	15.90	337	
64	6.14	18.41	257	
66	6.60	19.87	309	
68	5.48	16.46	228	
70	5.76	17.27	268	
74	6.39	19.16	298	
77	5.34	16.02	222	
79	5.59	16.79	230	
82	5.34	16.02	221	